

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
27. März 2003 (27.03.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 03/024637 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: B21C 1/00, 37/02, H01L 39/24, B21C 1/02 UND WERKSTOFFFORSCHUNG DRESDEN E.V.  
[DE/DE]; Helmholtzstrasse 20, 01069 Dresden (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE02/03193 (72) Erfinder; und  
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): EICKEMEYER, Jörg  
[DE/DE]; Hermann-Seidel-Str. 15, 01279 Dresden (DE).  
SELBMANN, Dietmar [DE/DE]; Untere Hauptstr. 32,  
01738 Colmnitz (DE). OPITZ, Ralph [DE/DE]; Gomlitzer  
Höhe 11, 01108 Dresden (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum: 29. August 2002 (29.08.2002)

(25) Einreichungssprache: Deutsch (74) Anwalt: RAUSCHENBACH, Dieter; Bienertstrasse 15,  
01187 Dresden (DE).

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT,  
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,  
CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE,  
GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR,  
KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK,

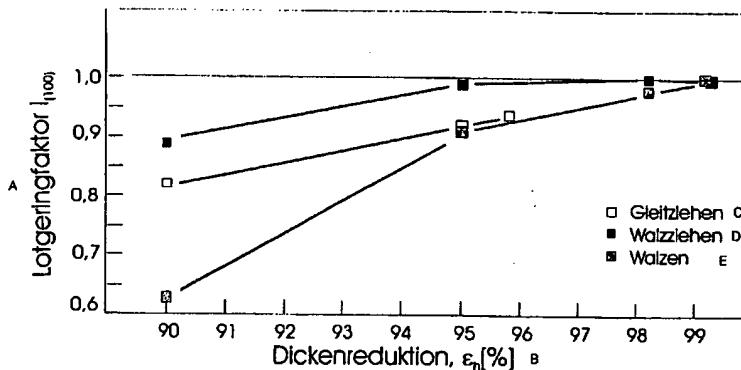
(30) Angaben zur Priorität: 101 43 680.7 30. August 2001 (30.08.2001) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): LEIBNIZ-INSTITUT FÜR FESTKÖRPER-

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING METALLIC STRIPS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG METALLISCHER BÄNDER



Relative Reflexintensität  $I_{(100)}$  eines reinen Nickelbandes nach  
Kaltumformung und anschließender Rekristallisation bei 600°C

A. LOTGERING FACTOR  
B. THICKNESS REDUCTION  
C. DRAWING BY A SLIDING ACTION  
D. ROLL DRAWING  
E. ROLLING  
F. RELATIVE REFLECTION INTENSITY  $I_{(100)}$  OF A CLEAN NICKEL STRIP AFTER COLD FORMING AND  
SUBSEQUENT RECRYSTALLIZATION AT 600 °C

WO 03/024637 A1

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing metallic strips having a high-grade cube texture based on nickel, copper, aluminum, silver or alloys of these metals including austenitic iron-nickel alloys. The inventive method makes it possible to obtain, during a subsequent annealing process and with lower total degrees of forming, a recrystallization cube layer of a quality equal to that of one obtained using customary roll forming and produces a better quality cube texture with comparable total degrees of forming. To this end, a forming method is provided during which the materials are formed by cold drawing before their recrystallization annealing whereby rendering them high-grade. The tools

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]



MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Erklärung gemäß Regel 4.17:**

- *hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, die Priorität einer früheren Anmeldung zu beanspruchen (Regel 4.17 Ziffer iii) für alle Bestimmungsstaaten*

**Veröffentlicht:**

- *mit internationalem Recherchenbericht*

*Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.*

---

used for this include: a) non-driven roll devices with an axially parallel flat pair of rolls or tusk's head arrangements with two pairs of rolls or; b) fixed drawing jaws that are slanted toward one another. The strips produced according to the invention can be used, for example, as a coating support for producing strip-shaped high-temperature superconductors.

(57) **Zusammenfassung:** Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung metallischer Bänder mit hochgradiger Würfeltextur auf der Basis von Nickel, Kupfer, Aluminium, Silber oder den Legierungen dieser Metalle zu entwickeln, einschliesslich austenitischer Eisen-Nickel-Legierungen, das im Vergleich zur üblichen Walzumformung bei geringeren Gesamtumformgraden eine qualitativ gleichwertige Rekristallisations-Würfellage beim anschliessenden Glühprozess ermöglicht und dass bei vergleichbaren Gesamtumformgraden eine qualitativ bessere Würfeltextur erzeugt. Diese Aufgabe wird mit einem Umformverfahren gelöst, bei dem die Werkstoffe vor ihrer Rekristallisationsglühung hochgradig durch Kaltziehen umgeformt, wobei als Werkzeuge) nicht angetriebene Rollenapparate mit einem achsparallelen, flachen Rollenpaar oder Türkenkopf-Anordnungen mit zwei Rollenpaaren oder b) feststehende, gegeneinander geneigte Ziehbacken benutzt werden. Die erfindungsgemäss hergestellten Bänder sind beispielsweise als Beschichtungsunterlage zur Herstellung bandförmiger Hochtemperatur-Supraleiter einsetzbar.

## 5 VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG METALLISCHER BÄNDER

## Technisches Gebiet

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung metallischer Bänder auf der Basis von Nickel, Kupfer, Aluminium, Silber oder den Legierungen dieser Metalle, die nach vorausgehender Umformung eine hochgradige Glühtextur mit Würfellage aufweisen.

Das Verfahren ist grundsätzlich auf alle metallischen Werkstoffe anwendbar, die nach Kalt- oder auch Warmumformung und sich daran anschließende Rekristallisation zur Ausbildung der Würfeltextur neigen. Hierzu zählen die metallischen Werkstoffe mit kubisch-flächenzentriertem Gitter, wie Nickel, Kupfer, Gold und unter besonderen Bedingungen Silber sowie ein Teil ihrer Legierungen, eingeschlossen die austenitischen Fe-Ni-Legierungen. Für Aluminium trifft dies dagegen nach einer Warmumformung durch Walzen zu.

Die nach dem neuen Verfahren hergestellten Bänder sind beispielsweise einsetzbar als Unterlage für physikalisch-chemische Beschichtungen mit hochgradiger mikrostruktureller Ausrichtung. Die Textur dient dabei als Basis für ein kristallografisch orientiertes Aufwachsen der abgeschiedenen Schichten auf dem Substrat. Solche Unterlagen sind zum Beispiel als Substrate für keramische Beschichtungen geeignet, wie sie auf dem Gebiet der Hochtemperatur-Supraleitung angewendet werden. Die Substratfunktion als epitaktische Unterlage ist an einen möglichst perfekten Texturzustand gebunden und erfordert daher ein Höchstmaß an Ausrichtung des polykristallinen Gefüges. Der Einsatz solcher

Substratbändern für Schicht-Supraleiter erfolgt in supraleitenden Magneten, Transformatoren, Motoren, Tomographen oder supraleitenden Strombahnen.

5

### Stand der Technik

Bekannt ist, dass polykristalline Metalle mit kubisch-flächenzentriertem Gitter, wie Kupfer, Nickel, Gold und unter bestimmten Bedingungen auch Silber nach vorausgegangener 10 starker Kaltumformung durch Walzen bei der nachfolgenden Rekristallisation eine ausgeprägte Textur mit Würfellage ausbilden können (G. Wassermann: Texturen metallischer Werkstoffe, Springer, Berlin, 1939; H. Hu u.a.: Trans. ASM 224(1962)96-105). Die grundlegenden Arbeiten (W. Köster: Z. 15 Metallkde. 18(1926)112-116) und auch die weiter führenden Untersuchungen (R. D. Doherty u.a.: Mater. Sci. Eng. A257(1998)18-36) wurden auf der Basis des Bandwalzens mit anschließender Glühbehandlung durchgeführt.

20 Auf diese Weise durch Walzen und Glühen texturierte Metallbänder, insbesondere Nickel- und Silberbänder, werden heute auch als Unterlage für metallische Überzüge, keramische Pufferschichten und keramische Supraleiterschichten benutzt (US 5 741 377). Die Eignung solcher Metallbänder als 25 Substratwerkstoff hängt maßgeblich vom erreichbaren Grad der Texturierung sowie ihrer Qualität unmittelbar auf der Oberfläche ab.

Bekannt ist auch, dass durch Legieren reiner Metalle mit 30 anderen Elementen der Grad der Texturausbildung mit wachsendem Legierungsgehalt im allgemeinen stark abnimmt (R. E. Smallman: Journ. Inst. Metals 84(1955-56)10-18). Beispielsweise gilt für Aluminium, dass durch Eisen bereits bei sehr geringen Gehalten im Bereich von 10 bis 300 ppm die 35 Rekristallisationstemperatur des Aluminiums angehoben wird, die Würfeltextur hingegen deutlich schwächer wird (W. B.

Hutchinson, H.-E. Ekström: Mater. Sci. Technol. 6(1990)1103-1111). Ein sehr starker negativer Einfluß von Magnesium auf die Texturierbarkeit von Nickel wurde ebenfalls nachgewiesen (K. Detert u.a.: Z. Metallkde. 54(1963)263-270). Es genügen 5 600 Atom-ppm, um die Herausbildung der Würfeltextur zu verhindern. Hinsichtlich der Erhöhung der Rekristallisationstemperatur des Nickels sind ebenfalls Elementwirkungen nachgewiesen (K. Detert, G. Dressler: Acta Metall. 13(1965)845-853). Das trifft zum Beispiel für Chrom 10 und Molybdän als Legierungselemente zu. Andererseits ist deren spezifische Wirkung auf die Schärfe und die thermische Stabilität der Glühtextur, insbesondere für Gehalte ihrer Löslichkeit im Nickel, nicht klar. Es wurde gefunden, dass bei 3 Atom-% Molybdän eine Würfeltextur nicht mehr erzielbar 15 ist (K. Detert u.a.: Z. Metallkde. 54(1963)263-270).

Bei höheren Legierungsgehalten ist zu erwarten, dass beispielsweise die primäre Rekristallisationstextur des Nickels als Würfeltextur weniger vollständig ausgebildet 20 wird, wie für Nickel-Molybdän- und Nickel-Wolfram-Legierungen gezeigt wurde (J. Eickemeyer u.a.: Supercond. Sci. Technol. 14(2001)152-159). Darüber hinaus ist bei höheren Temperaturen mit einem Abbau der primär gewachsenen Würfeltextur durch sekundäre Rekristallisationsvorgänge zu rechnen (R. E. 25 Smallman, C. S. Lee: Mater. Sci. Eng. A184(1994)97-112). Solche höheren Temperaturen werden mit 700°C bis 800°C bei den üblichen Beschichtungsbedingungen, wie sie beim Abscheiden supraleitender Schichten vorliegen, erreicht.

30 Neben den chemischen Legierungseinflüssen auf die Texturqualität ist die Ausbildung der Rekristallisations-Würfeltextur vor allem auch an spezifische mechanische, umformtechnische Voraussetzungen gekoppelt. Unabdingbar ist ein hoher Mindestumformgrad beim Kaltwalzen, wobei ein 35 feinkörniges Ausgangsgefüge des Umformgutes vorteilhaft ist. Für Kupfer beträgt der Mindestumformgrad 82% (O. Dahl, F.

Pawlek: Z. Metallkde. 28(1936) 266-271). Um hochgradig zu texturieren werden allerdings wesentlich höhere Umformgrade aufgebracht, die zum Teil über 99% Dickenreduktion betragen. Diese umformtechnisch sehr aufwändige Herstellungstechnologie 5 wird gegenwärtig in Kauf genommen, da alternative Techniken seit Jahrzehnten nicht gesehen werden.

Andere Formgebungsverfahren als das Walzen spielen somit bei 10 der Herstellung von Metallbändern mit Würfeltextur derzeit praktisch keine Rolle. Die Ursache hierfür liegt nicht zuletzt in den fehlenden experimentellen Untersuchungen bezüglich der Eignung anderer Umformverfahren zur Bandherstellung, da diese gerade wegen der erwiesenen großen Effektivität des Walzens bei der Bandherstellung bisher nicht 15 interessant waren.

Eine allgemeingültige Theorie über die Wirkungen von Spannungs- und Deformationszuständen auf die Ausbildung der Umform- und Glühtexturen der Metalle, bzw. im besonderen des 20 Nickels, Kupfers, Golds und Silbers gibt es nicht. Es ist deshalb nicht möglich, die Wirksamkeit eines Umformverfahrens auf die Ausbildung der Verformungs- und Glühtexturen sicher zu berechnen. Darüber hinaus beeinflussen auch die Reibungsbedingungen zwischen Umformgut und Umformwerkzeug die 25 Texturformierung in Bändern, und insbesondere in dünnen Bändern, in bisher nicht vorhersagbarer Weise.

Mit dem wachsenden Interesse an weitgehend idealen Glühtexturen für die Anwendung von Bändern als sehr lange, 30 quasi-einkristalline Substrate (supraleitende Schichtleiter) steht zugleich die Forderung nach einer möglichst perfekten Textur nicht nur im Bandinneren, sondern insbesondere auf der Oberfläche solcher Beschichtungsunterlagen. Aus diesem Grunde sind sämtliche für die Texturausbildung eventuell störenden 35 Einflüsse kritisch zu bewerten und nach Möglichkeit abzuwenden. Nicht zuletzt gilt dies für die optimalen

Verfahrensbedingungen bei der Werkstoffumformung, die bisher auf die Einflussgrößen beim Walzen begrenzt sind.

### Darstellung der Erfindung

5

Der Erfindung liegt die Aufgabe zu Grunde, ein Verfahren zur Herstellung metallischen Bändern mit hochgradiger Würfeltextur auf der Basis von Nickel, Kupfer, Aluminium, Silber oder den Legierungen dieser Metalle zu entwickeln, das 10 im Vergleich zur üblichen Walzumformung bei geringeren Gesamtumformgraden eine qualitativ gleichwertige Rekristallisations-Würfellage beim anschließenden Glühprozess ermöglicht, bzw. das bei vergleichbaren Gesamtumformgraden eine qualitativ bessere Würfeltextur erzeugt.

15

Erfindungsgemäß werden die Werkstoffe vor ihrer Rekristallisationsglühung hochgradig durch Kaltziehen umgeformt, wobei als Werkzeuge

- 20 a) nicht angetriebene Rollenapparate mit einem achsparallelen, flachen Rollenpaar oder Türkenkopf-Anordnungen mit zwei Rollenpaaren
- oder
- b) feststehende, gegeneinander geneigte Ziehbacken benutzt werden.

25

Die erfindungsgemäß vorgesehenen Werkzeugart der nicht angetriebenen Rollenpaare ist beispielsweise beschrieben in F. Dohmann, R. Kopp und J. Mittendorff: Durchziehen; in: Umformtechnik, Plastomechanik und Werkstoffkunde, Herausgeber: W. 30 Dahl, R. Kopp und O. Pawelski, Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1993, S. 792.

Kenntnisse über nicht angetriebene Türkenkopf-Werkzeuge kann der Fachmann beispielsweise aus J. A. Schey: Tribology in 35 Metal Working, ASM, Metals Park, Ohio, 1984, S. 352 entnehmen.

Die erfindungsgemäß vorgesehenen feststehenden Ziehbacken sind beispielsweise beschrieben von S. Kalpakjian in Manufacturing Processes for Engineering Materials, Addison-Wesley Publishing Company, Reading, Mass., 1991, S. 384.

Gemäß einer Ausgestaltung der Erfindung wird das Kaltziehen mit einer Dickenreduktion von  $\epsilon_h > 50\%$ , vorzugsweise von  $\epsilon_h > 90\%$ , durchgeführt.

10

Vorteilhaft kann das Kaltziehen kombiniert werden mit einer für schwer umformbare Legierungen üblichen Walzumformung.

15

Dabei sollte das Verfahren des Kaltziehens im überwiegenden Maße angewandt werden.

20

Vorteilhaft ist es, wenn eine abschließende Oberflächenglättung der Bänder mittels Feinwalzung oder mittels einem anderen Verfahren der Feinbearbeitung von Oberflächen, insbesondere mittels Prägepolieren, durchgeführt wird.

25

Die Verfahrensart des Prägepolieren ist beispielsweise beschrieben in W. Machu: Oberflächenvorbehandlung von Eisen- und Nichteisenmetallen, Akademische Verlagsgesellschaft Geest & Portig, Leipzig, 1957, S. 850.

30

Die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren bearbeiteten metallischen Werkstoffe werden schließlich in reduzierender oder nichtoxidierender Atmosphäre einer rekristallisierenden Glühung zur Erzielung der Würfeltextur unterworfen. Die rekristallisierende Glühung wird bei Temperaturen ausgeführt, die dem Fachmann bekannt sind.

35

Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird der relative Texturgrad der Würfellage nach Kaltziehen und Glühen bei

deutlich geringeren Dickenreduktionen erreicht, als es bei der Anwendung des bisher benutzten Kaltwalzens der Fall ist. Dieser Vorteil des Durchziehens gegenüber dem Walzen tritt sowohl beim Walzziehen mittels Rollenwerkzeugen als auch beim 5 Gleitziehen auf, wobei das Walzziehen effektiver wirkt.

Obwohl die Verfahren des Durchziehens altbekannte Umformverfahren sind, ist ihr Einfluss auf die Umform- und Glühtexturen in Metallbändern bisher nicht ausreichend 10 untersucht worden. Der Grund hierfür liegt darin, dass die Fertigung von Bändern aus fertigungstechnischen und ökonomischen Gründen eindeutig die Domäne der Walzumformung ist. Für Spezialbehandlungen, wie der Erzielung einer hochgradigen Würfeltextur, zeigte sich daher in 15 überraschender Weise der positive Einfluss der Ziehverfahren, insbesondere der des Walzziehverfahrens.

Für die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens auf die Herstellung von Substratbändern ergibt sich damit die 20 Möglichkeit, Bänder herzustellen, die aufgrund ihrer schwierigen Texturierbarkeit über das Kaltwalzen und Glühen nicht in der nötigen Qualität gefertigt werden können. Die Erleichterung der Texturformierung beim Glühen infolge des vorausgegangenen Kaltziehens erweitert somit die 25 technologischen Möglichkeiten. Hierin liegt der wesentliche, spezielle Vorteil für das neue Verfahren. Hinzu kommt, dass bei gleichem Grad der Würfeltextur ein gezogenes Band weniger umgeformt werden muss, als ein gewalztes. Dadurch werden zwangsläufig Energie und Arbeitsaufwand gespart.

30 Die schmelzmetallurgische Herstellung der zu texturierenden Metalle und Legierungen erfolgt vorzugsweise durch Gießen in eine Kupferkokille. Auch eine pulvermetallurgische Herstellung über kalt- und heißisostatisches Pressen kann für 35 das Ausgangsmaterial alternativ zur schmelzmetallurgischen Herstellung zweckmäßig sein.

Die metallurgisch hergestellten Guss- oder Presskörper können vor Beginn der nachfolgenden üblichen Warmumformung durch eine Homogenisierungsglühung ein vorteilhaftes Ausgangsgefüge 5 erhalten sowie eine kontrollierte Einstellung der Korngröße für die abschließende starke Kaltumformung. Der Warmumformgrad, wie auch die Temperatur und Dauer der Glühung können leicht vom Fachmann unter dem Aspekt der guten Kaltumformbarkeit im weiteren Prozess optimiert werden. Die 10 Glühatmosphäre für die Rekristallisation ist zweckmäßigerweise reduzierend oder inert. Die Glühtemperaturen und -zeiten tendieren mit zunehmendem Legierungsgehalt zu höheren Werten und können ebenfalls unproblematisch vom Fachmann eingestellt werden.

15

Die im Sinne einer verbesserten Texturbildung wirkende Ziehumformung beim Walzziehen kann sowohl als alleiniges Umformverfahren zur Texturierung angewendet werden, es kann aber auch als Hauptverfahren in Kombination mit anderen 20 Verfahren genutzt werden, wie mit dem Gleitziehen oder Walzen. Es obliegt dem Fachmann einzuschätzen, inwieweit das Umformvermögen des zu texturierenden Bandes ein Walzziehen oder Gleitziehen zulässt, um die positive Wirkung des erfindungsgemäßen Verfahrens weitestgehend zum Tragen zu 25 bringen.

Während die mit Hilfe des Walzens hergestellten texturierten Bänder unter dem Namen RABiTS (Rolling Assisted Biaxially Textured Substrates) geschützt wurden (US 5 741 377), wird 30 vom Anmelder für die erfindungsgemäß hergestellten Bänder die neue Kurzbezeichnung DABiTS (Drawing Assisted Biaxially Textured Substrates) eingeführt.

## Wege zur Ausführung der Erfindung

Die Erfindung ist nachstehend anhand von Beispielen näher erläutert. In den zugehörigen Zeichnungen zeigen:

5

Fig. 1: Röntgenografische (111)-Polfiguren von Nickel mit Würfeltextur nach unterschiedlichen Dickenabnahmen durch Walzziehen (WZ 0,5 = 95%; WZ 0,18 = 98,2%; WZ 0,08 = 99,2%) und Rekristallisation bei 600°C über 10 30 min in Wasserstoffgas,

10

Fig. 2: Röntgenografische (111)-Polfiguren von Nickel mit Würfeltextur nach unterschiedlichen Dickenabnahmen durch Kaltwalzen (W 0,5 = 95%; W 0,18 = 98,2%; W 15 0,08 = 99,2%) und Rekristallisation bei 600°C über 30 min in Wasserstoffgas,

15

Fig. 3: Halbwertsbreiten der röntgenografischen (111)-Pole von Nickelbändern mit Würfeltextur nach unterschiedlichen Dickenabnahmen durch Walzziehen, Gleitziehen und Walzen sowie anschließender Rekristallisation bei 800°C über 30 min in Wasserstoffgas,

20

25

Fig. 4: Diagramm zum Einfluss des Umformverfahrens und des Umformgrades auf den Grad der Ausbildung der Rekristallisations-Würfeltextur in Nickelbändern. In dieser Figur wird an Stelle von Polfiguren der Lotgeringfaktor  $I_{(100)}$  zur Charakterisierung des 30 Grades der Würfeltextur verwendet.

Beispiel 1

Technisch reines Nickel-Stabmaterial mit einem Reinheitsgrad von 99,9 Atom-% Nickel und einer Ausgangsabmessung von 35 10 mm x 10 mm wird weichgeglüht. Anschließend wird zur Erzeugung der Würfeltextur an eine Banddicke von 0,5 mm

( $\varepsilon_h = 95\%$ ) durch frei drehbare Rollen walzgezogen und bei 600°C geglüht. Es entsteht eine scharfe Würfeltextur, wie Fig.1 belegt. Die gemessenen Intensitäten in der Polfigur (WZ 0,5 RK6) sind deutlich höher als nach vorausgehender 5 Walzumformung (Fig.2, W 0,5 RK6). Die Maximalwerte der Intensitäten betragen 1211 nach Walzziehen und Glühen und 876 nach Walzen und Glühen. Das Walzziehen führt somit zu einer um 38% höheren maximalen Intensität gegenüber dem Kaltwalzen. Bezüglich der für die Texturschärfe repräsentativen 10 Halbwertsbreiten (FWHM-Werte) ergibt sich durch die Anwendung des Ziehens eine wesentliche Verbesserung (Fig. 3). Bei gleicher Dickenreduktion von  $\varepsilon_h = 95\%$  resultieren nach der Wärmebehandlung bei 800°C folgende FWHM-Werte: 15 a) Walzen: 12,21, b) Gleitziehen: 10,41 und c) Walzziehen: 9,46. Der mittels Walzen erreichte FWHM-Wert ist damit 29% schlechter als der mittels Walzziehen erzielte (Fig. 3). Noch klarer zeigt sich der positive Einfluss des Walzziehens bei geringerer Umformung. Bei 1 mm Banddicke ( $\varepsilon_h = 90\%$ ) betragen die Lotgeringfaktoren nach dem Walzziehen 20  $I_{(100)} = 0,88$  und nach dem Walzen  $I_{(100)} = 0,63$ . Die relative Verbesserung durch das Walzziehen ist 40% (Fig.4).

Wie Fig. 4 zeigt, wird nach dem Walzziehen ein  $I_{(100)} \approx 1,0$  bereits nach 95% Dickenreduktion erreicht, wogegen dafür beim

25 Walzen etwa 99% nötig sind. Um den bei einer Materialdicke von 500  $\mu\text{m}$  infolge des Walzziehens erreichten Texturzustand auch durch Walzen zu erreichen, muss bis an etwa 100  $\mu\text{m}$  weiter umgeformt werden (Fig.4).

30 Wie die Ergebnisse in den Figuren 3 und 4 belegen, ist nicht nur das Walzziehen, sondern auch das Gleitziehen für die Formierung der Würfeltextur in Nickel günstiger als das Walzen. Dieser günstige Einfluss des Gleitziehens überrascht, da früher durch Gleitziehen von Kupfer im Vergleich zum  
35 Walzen lediglich ein gleichwertiger Einfluss festgestellt

wurde (W. M. Baldwin: Trans. ASM 39(1947) 737-739), was technologisch nicht attraktiv erschien und offenbar deshalb nicht weiter verfolgt wurde.

5 Beispiel 2

Technisch reines Nickel mit einem Reinheitsgrad von 99,9 Atom-% Nickel, wird nach dem Abguss in eine Kupferkokille von ca. 40mm X 40mm Querschnitt spanabhebend überarbeitet, danach an 20 mm x 20 mm warmgewalzt und 10 homogenisierend bei 1050°C gegläuht. Zur Einstellung eines feinkörnigen Gefüges wird an 10 mm x 10 mm Querschnitt kaltgewalzt und rekristallisierend gegläuht. Ab 10 mm Dicke wird an 2,5 mm Dicke gleitgezogen. Darauf erfolgt die Kaltumformung durch Walzziehen an die Enddicke von 0,25 mm. 15 Es wird eine Wärmebehandlung bei 800°C angeschlossen, um die hochgradige Würfeltextur in dem Nickelband zu erzeugen.

Beispiel 3

Eine Nickellegierung mit einem Legierungsgehalt von 5 Atom-% 20 Wolfram wird von der Querschnittsabmessung (20 x 20)mm<sup>2</sup> an die Dicke von 3 mm kaltgewalzt und bei 850°C zur Einstellung eines feinkristallinen Gefüges rekristallisiert. Ab 3 mm Dicke wird an 0,15 mm Dicke walzgezogen und bei 1000°C zur Erzielung der hochgradigen Würfeltextur gegläuht. Es ist aber 25 auch möglich, das Walzziehen nur bis 0,20 mm Materialdicke auszuführen und ein Schlusswalzen an 0,15 mm mit polierten Walzen vorzunehmen, um eine möglichst hohe Oberflächenqualität des Bandes mit minimaler Rauhigkeit zu erreichen.

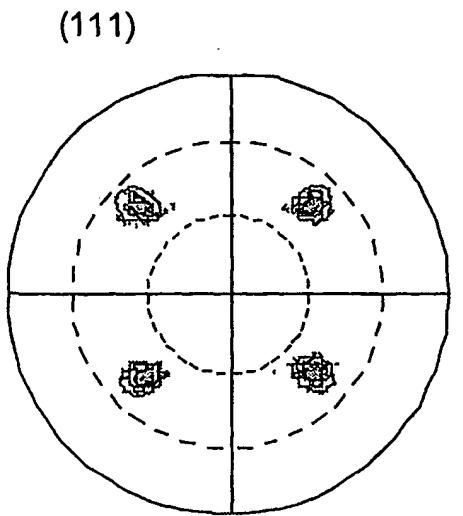
30

Beispiel 4

Kupferblech der Dicke 10 mm wird nach einer Ausgangsglühung zur Erzeugung eines weichen Gefüges an die Fertigabmessung von 0,08 mm Dicke durch frei drehbare Rollen kaltgezogen. 35 Während der nachgeschalteten halbstündigen Wärmebehandlung bei 400°C entsteht eine scharfe Würfeltextur im Bandmaterial.

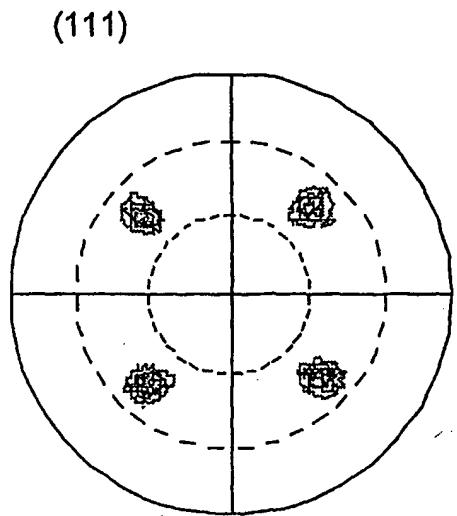
## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung metallischer Bänder mit  
5 Rekristallisations-Würfeltextur auf der Basis von Nickel,  
Kupfer, Aluminium, Silber oder den Legierungen dieser  
Metalle, einschließlich austenitischer Eisen-Nickel-  
Legierungen, dadurch gekennzeichnet, dass die Werkstoffe  
vor ihrer Rekristallisationsglühung hochgradig durch  
10 Kaltziehen umgeformt werden, wobei als Werkzeuge
  - a) nicht angetriebene Rollenapparate mit einem  
achsparallelen, flachen Rollenpaar oder Türkenkopf-  
Anordnungen mit zwei Rollenpaaren  
oder
  - 15 b) feststehende, gegeneinander geneigte Ziehbacken  
benutzt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass  
das Kaltziehen mit einer Dickenreduktion von  $\varepsilon_h > 50\%$ ,  
20 vorzugsweise von  $\varepsilon_h > 90\%$ , durchgeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass  
das Kaltziehen kombiniert wird mit einer für schwer  
umformbare Legierungen üblichen Walzumformung.  
25
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass  
bei der kombinativen Anwendung von Kaltziehen und  
Walzumformung das Verfahren des Kaltziehens im  
überwiegenden Maße angewandt wird.  
30
- 35 5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass  
eine abschließende Oberflächenglättung der Bänder mittels  
Feinwalzung oder mittels einem anderen Verfahren der  
Feinbearbeitung von Oberflächen, insbesondere mittels  
Prägepolieren, durchgeführt wird.



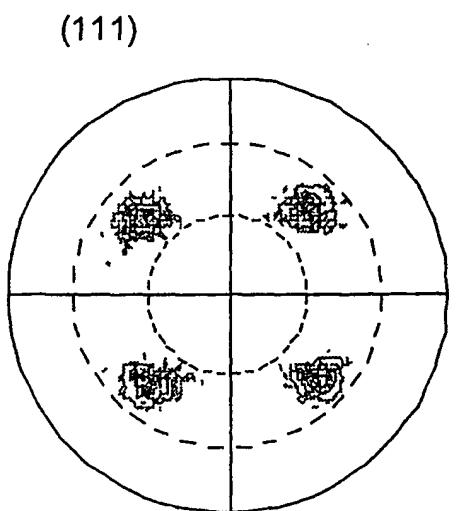
max = 2704

WZ 0,08 RK6



max = 2520

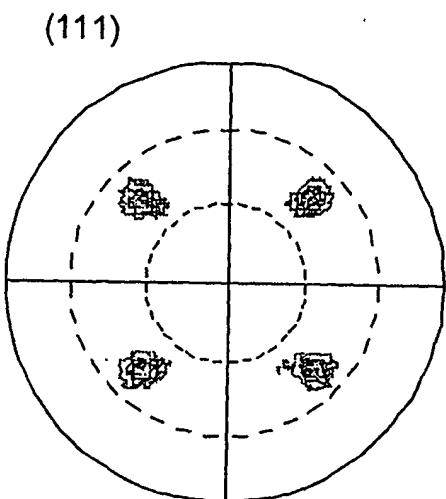
WZ 0,18 RK6



max = 1211

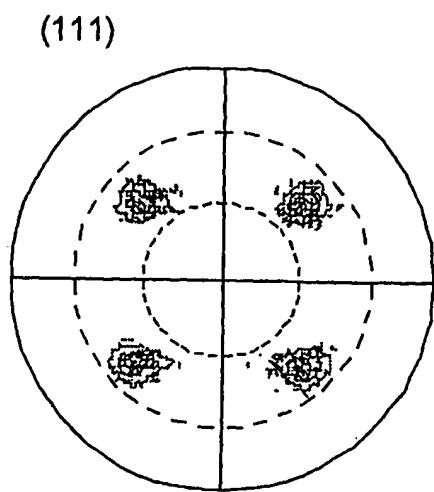
WZ 0,5 RK 6

Fig. 1



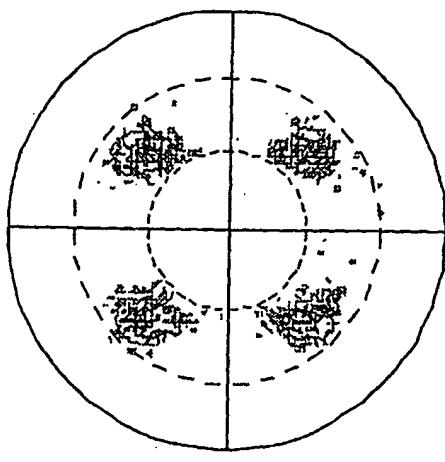
max = 2520

W 0,08 RK6



max = 1706

W 0,18 RK6



max = 876  
W 0,5 RK 6

Fig. 2

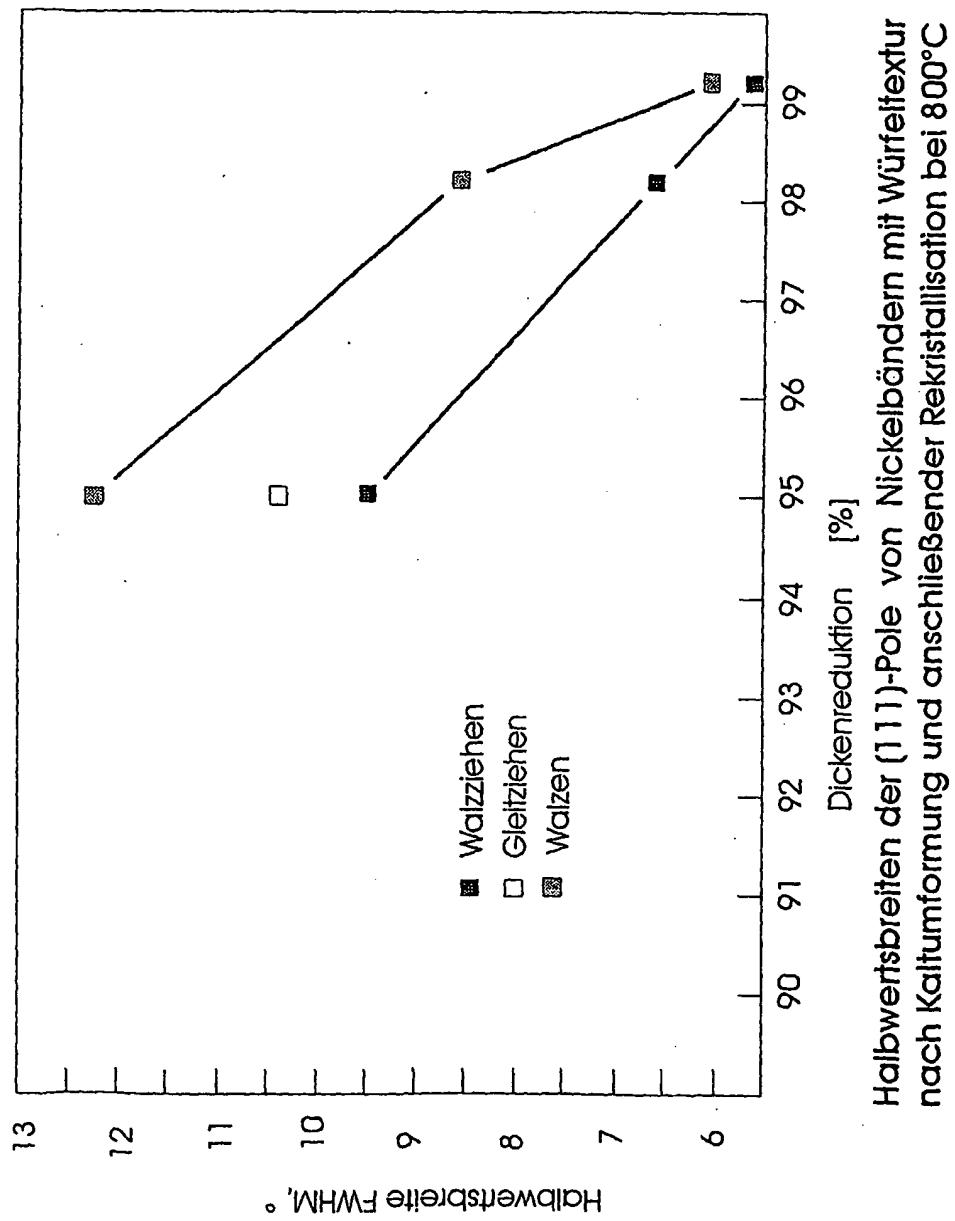
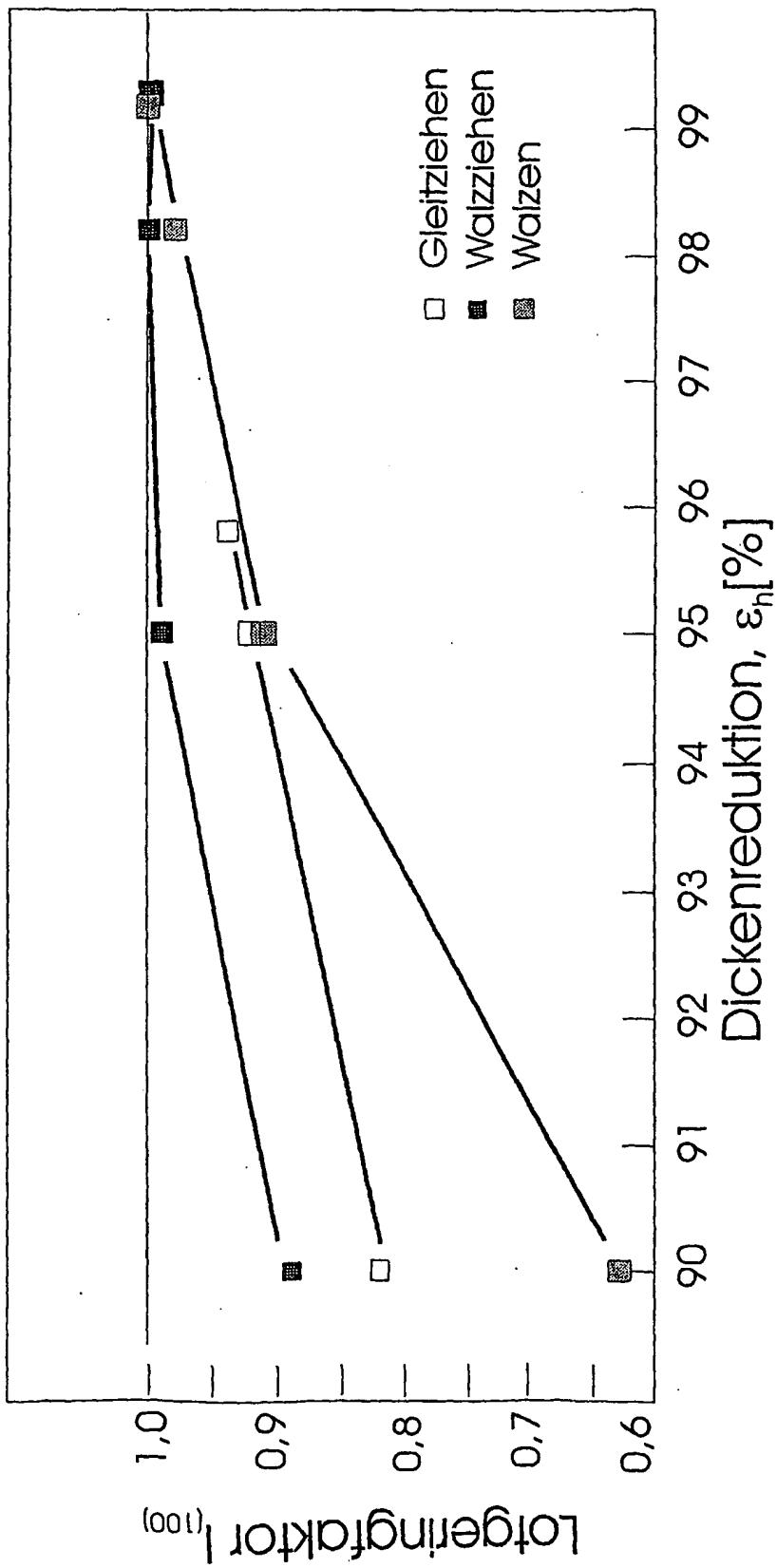


Fig. 3



Relative Reflexintensität  $I_{100}/I_{100}$  eines reinen Nickelbandes nach Kaltumformung und anschließender Rekristallisation bei 600°C

Fig. 4

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/DE 02/03193A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 7 B21C1/00 B21C37/02 H01L39/24 B21C1/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 7 B21C H01L C22F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 6 180 570 B1 (GOYAL AMIT) 30 January 2001 (2001-01-30) column 3, line 36-42 column 9, line 18-38 ---	1,2
A	US 3 318 129 A (LEO GROSS) 9 May 1967 (1967-05-09) column 1, line 1-50; figures 1,2 ---	1
A	GB 519 604 A (AMERICAN ROLLING MILL COMPANY) 1 April 1940 (1940-04-01) page 1, line 1-72; figure 3 ---	1
A	US 5 981 444 A (ITOZAKI HIDEO ET AL) 9 November 1999 (1999-11-09) column 3, line 64-66 column 5, line 9-17 column 5, line 62-67 ---	1
		-/-

 Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
11 December 2002	19/12/2002
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  Marc Augé

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/DE 02/03193

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 99 16941 A (UNIV CALIFORNIA ;AMERICAN SUPERCONDUCTOR CORP (US)) 8 April 1999 (1999-04-08) page 10, line 9-24 page 11, line 27 -page 13, line 16 ---	1,3
X	DE 11 84 969 B (VER LEICHTMETALL WERKE GES MIT) 7 January 1965 (1965-01-07) the whole document ---	1,5
X	US 5 089 057 A (PLEWES JOHN T) 18 February 1992 (1992-02-18) column 9, line 62 -column 10, line 24; claim 1; figure 2 ---	1,5

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/DE 02/03193

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
US 6180570	B1	30-01-2001	US	6375768 B1		23-04-2002
US 3318129	A	09-05-1967	NONE			
GB 519604	A	01-04-1940	NONE			
US 5981444	A	09-11-1999	AU	597148 B2	24-05-1990	
			AU	1142288 A	11-08-1988	
			CA	1338396 A1	18-06-1996	
			CN	1031442 A ,B	01-03-1989	
			DE	3856529 D1	11-07-2002	
			DE	3877018 D1	11-02-1993	
			DE	3877018 T2	15-04-1993	
			EP	0281444 A1	07-09-1988	
			EP	0475466 A2	18-03-1992	
			JP	1140520 A	01-06-1989	
			JP	2877149 B2	31-03-1999	
			JP	2914331 B2	28-06-1999	
			JP	9185914 A	15-07-1997	
			JP	2996340 B2	27-12-1999	
			JP	9185915 A	15-07-1997	
			JP	9185916 A	15-07-1997	
			JP	1206513 A	18-08-1989	
WO 9916941	A	08-04-1999	US	6428635 B1	06-08-2002	
			AU	744450 B2	21-02-2002	
			AU	1795899 A	23-04-1999	
			CA	2305571 A1	08-04-1999	
			EP	1042095 A1	11-10-2000	
			JP	2001518564 T	16-10-2001	
			NZ	504012 A	28-09-2001	
			WO	9916941 A1	08-04-1999	
DE 1184969	B	07-01-1965	NONE			
US 5089057	A	18-02-1992	NONE			

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/DE 02/03193A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 B21C1/00 B21C37/02 H01L39/24 B21C1/02

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 B21C H01L C22F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 6 180 570 B1 (GOYAL AMIT) 30. Januar 2001 (2001-01-30) Spalte 3, Zeile 36-42 Spalte 9, Zeile 18-38 ---	1,2
A	US 3 318 129 A (LEO GROSS) 9. Mai 1967 (1967-05-09) Spalte 1, Zeile 1-50; Abbildungen 1,2 ---	1
A	GB 519 604 A (AMERICAN ROLLING MILL COMPANY) 1. April 1940 (1940-04-01) Seite 1, Zeile 1-72; Abbildung 3 ---	1
A	US 5 981 444 A (ITOZAKI HIDEO ET AL) 9. November 1999 (1999-11-09) Spalte 3, Zeile 64-66 Spalte 5, Zeile 9-17 Spalte 5, Zeile 62-67 ---	1
		-/-

 Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen Siehe Anhang Patentfamilie

- \* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- \*' Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- \*" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- \*"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweitliefhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- \*O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- \*P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
- \*T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- \*X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfändischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- \*Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfändischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahelegend ist
- \*&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche	Absendedatum des Internationalen Recherchenberichts
11. Dezember 2002	19/12/2002
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5518 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter  Marc Augé

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter  
ales Aktenzeichen  
PCT/DE 02/03193

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 99 16941 A (UNIV CALIFORNIA ;AMERICAN SUPERCONDUCTOR CORP (US)) 8. April 1999 (1999-04-08) Seite 10, Zeile 9-24 Seite 11, Zeile 27 -Seite 13, Zeile 16 ---	1,3
X	DE 11 84 969 B (VER LEICHTMETALL WERKE GES MIT) 7. Januar 1965 (1965-01-07) das ganze Dokument ---	1,5
X	US 5 089 057 A (PLEWES JOHN T) 18. Februar 1992 (1992-02-18) Spalte 9, Zeile 62 -Spalte 10, Zeile 24; Anspruch 1; Abbildung 2 ---	1,5

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 02/03193

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 6180570	B1	30-01-2001	US	6375768 B1		23-04-2002
US 3318129	A	09-05-1967		KEINE		
GB 519604	A	01-04-1940		KEINE		
US 5981444	A	09-11-1999	AU	597148 B2	24-05-1990	
			AU	1142288 A	11-08-1988	
			CA	1338396 A1	18-06-1996	
			CN	1031442 A ,B	01-03-1989	
			DE	3856529 D1	11-07-2002	
			DE	3877018 D1	11-02-1993	
			DE	3877018 T2	15-04-1993	
			EP	0281444 A1	07-09-1988	
			EP	0475466 A2	18-03-1992	
			JP	1140520 A	01-06-1989	
			JP	2877149 B2	31-03-1999	
			JP	2914331 B2	28-06-1999	
			JP	9185914 A	15-07-1997	
			JP	2996340 B2	27-12-1999	
			JP	9185915 A	15-07-1997	
			JP	9185916 A	15-07-1997	
			JP	1206513 A	18-08-1989	
WO 9916941	A	08-04-1999	US	6428635 B1	06-08-2002	
			AU	744450 B2	21-02-2002	
			AU	1795899 A	23-04-1999	
			CA	2305571 A1	08-04-1999	
			EP	1042095 A1	11-10-2000	
			JP	2001518564 T	16-10-2001	
			NZ	504012 A	28-09-2001	
			WO	9916941 A1	08-04-1999	
DE 1184969	B	07-01-1965		KEINE		
US 5089057	A	18-02-1992		KEINE		